

## SUBPROGRAMA DE BIOTOXINAS MARINAS

### INFORME DE RESULTADOS PEEC – SP13 - 2008

PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD  
PEEC QUIMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS



INSTITUTO DE SALUD PUBLICA DE CHILE  
DEPARTAMENTO DE SALUD AMBIENTAL



**INFORME DE RESULTADOS DEL ENSAYO DE APTITUD DEL  
PROGRAMA DE EVALUACION EXTERNA DE CALIDAD  
QUIMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS**

**SUBPROGRAMA 13: "DETERMINACIÓN DE TOXINA AMNÉSICA EN MARISCOS"**

**PEEC-SP13-2008**

PEEC – Química de Alimentos y Ambiental  
Departamento Salud Ambiental  
Instituto de Salud Pública de Chile  
Av. Maratho n 1000, Ñuñoa  
Santiago de Chile

**Redactor Técnico:**

Q.F. Soraya Sandoval R.

[soraya@ispch.cl](mailto:soraya@ispch.cl)

Teléfono: (56)(2)3507526

Fax: (56)(2)3507589

<http://www.ispch.cl>



## CONTENIDO

LISTA DE PARTICIPANTES.....	5
PROFESIONALES RESPONSABLES .....	6
INTRODUCCION .....	6
MATERIAL DE ENSAYO – ENVIO.....	6
TEST DE HOMOGENEIDAD.....	6
CRONOGRAMA.....	7
ANALISIS ESTADISTICO.....	7
RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES DEL PEEC.....	9
ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS .....	10
EVALUACION DE DESEMPEÑO.....	10
COMENTARIOS.....	12
GLOSARIO .....	12
REFERENCIAS.....	12
ANEXO: GRÁFICO Z-SCORE.....	13

**1. Lista de Participantes**

CERPER  
CERTIFICACIONES DEL PERU S.A.  
CALLAO, PERU

LABORATORIO DEL INSTITUTO TECNOLOGICO PESQUERO  
CALLAO, PERU

LABORATORIO DEL AMBIENTE COQUIMBO  
SEREMI DE SALUD REGION DE COQUIMBO  
LA SERENA, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE VIÑA DEL MAR- QUILLOTA  
SEREMI DE SALUD REGION DE VALPARAISO  
VIÑA DEL MAR, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE LLANCHIPAL  
SEREMI DE SALUD REGION DE LOS LAGOS  
PUERTO MONTT, CHILE

CERAM  
UNIVERSIDAD AUSTRAL  
PUERTO MONTT, CHILE

LABORATORIO DEL AMBIENTE AYSEN  
SEREMI DE SALUD REGION DE AYSEN DEL GRAL. C. IBAÑEZ DEL CAMPO  
PUERTO AYSEN, CHILE

LABORATORIO DE TOXINAS MARINAS  
UNIVERSIDAD DE CHILE  
SANTIAGO, CHILE

JAPAN FOOD SAFETY CENTER S.A.  
UNIVERSIDAD DE CHILE  
SANTIAGO, CHILE

## 2. Profesionales Responsables

Colaboraron en el desarrollo de este trabajo fueron:

Elaboración del material de ensayo:

- Q.F. Lorena Delgado (Jefe Laboratorio de Toxinas Marinas- ISP)
- T. Luisa Moreno (Laboratorio de Toxinas Marinas – ISP)
- T. Karina Gonzalez (Sección Metrología Ambiental y de Alimentos)

Envío de Ensayo de Aptitud:

- T. Fabiola Muñoz ( Unidad de Coordinación de Laboratorios Ambientales)
- T. Rosario Montecinos (Sección Metrología Ambiental y de Alimentos)

Evaluación estadística y documentación:

- Q.F. Soraya Sandoval (Coordinador de Ensayos de Intercomparación Química de Alimentos y Ambiental)
- Ing. Marcelo Soto Varas

## 3. Introducción

El presente informe corresponde a la evaluación de la Ronda de ensayos de intercomparación del Subprograma 13 (SP13) "Determinación de Toxina Amnésica", desarrollado por el PEEC- Química Ambiental y de Alimentos del Instituto de Salud Pública de Chile (ISP), dirigido al análisis de toxina amnésica (específicamente ácido domoico [AD]) en una matriz de extracto de marisco bivalvo, por método HPLC.

## 4. Material de Ensayo- Envío

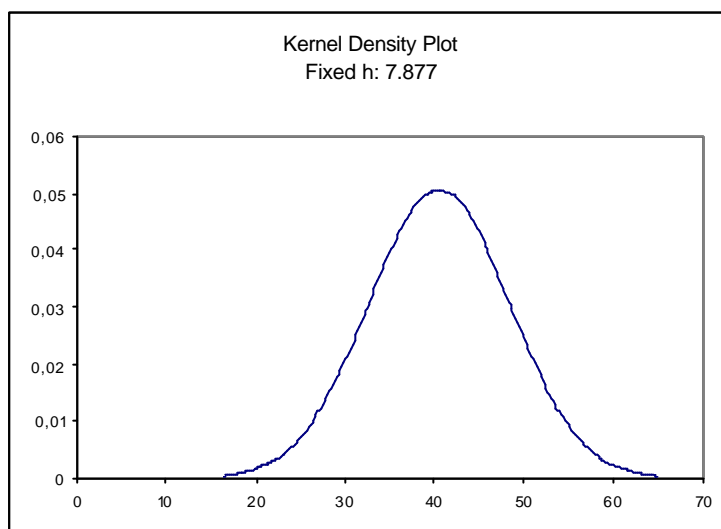
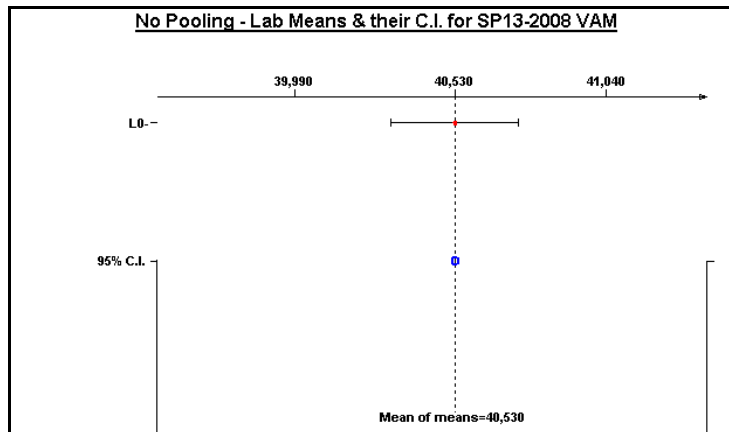
El material de ensayo fue una muestra diluida proveniente de un extracto de material de referencia certificado, proporcionado por el laboratorio de Toxinas Marinas del Instituto de Salud Pública de Chile, envasado en un vial de vidrio herméticamente sellado.

## 5. Test de homogeneidad

La homogeneidad de los materiales de ensayo fue comprobada por el análisis por "Método Quilliam - HPLC: Detección UV" de 10 muestras seleccionada aleatoriamente, analizadas en replicado.

n	20
Promedio µg/mL	6,3
FD	6,37
Promedio µg/g	40,53
CV(%)	0,7

Los resultados obtenidos demuestran la homogeneidad de la muestra de ensayo y un comportamiento estadístico normal.



## 6. Cronograma

Envío de Material de Ensayo  
 Fecha límite de Envío de Resultados  
 Envío Informe Final de Evaluación de Resultados

15/ Julio/2008  
 20/ Agosto/2008  
 15/ Septiembre/2008

## 7. Análisis estadístico

### 7.1. Datos Inconsistentes:

Se evaluaron estadísticamente los datos anómalos en base al método estadístico de Grubbs. Una vez establecido los datos anómalos, se procedió a realizar el análisis estadístico basado en el Z-Score, sin ser excluidos.

### 7.2. Z-Score:

Para poder comparar diferentes resultados de análisis cuantitativos, derivados de distintos métodos de análisis, material de ensayo y concentración del analito los resultados de los

análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (Z-Score).

El Z-Score estima el error que existe entre el resultado informado y el valor asignado del material de ensayo, y la desviación estándar de Hortwiz. El z-Score es definido por la siguiente ecuación, para esta evaluación:

$$Z = \frac{X - m}{S_h}$$

Donde:

Z= Valor Z-Score

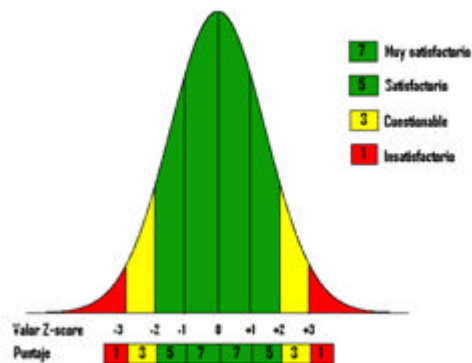
C= concentración reportada del analito en el material de ensayo

m= valor asignado o de referencia

s<sub>h</sub> = desviación estándar de Hortwiz.

En cualquier grupo de datos con distribución normal (Ver figura 1), los ZScore deberán estar entre el rango de ± 2 a ± 3.

Figura 1



Los criterios de aceptabilidad, están definidos por el valor obtenido por cada laboratorio, que son clasificados de la siguiente manera:

[ Z ] =2: es decir, entre -2 y +2, el resultado del laboratorio es satisfactorio.

2 < [ Z ] < 3 : es decir, entre -2,1 y < -3 y; entre +2,1 y < +3, el resultado del laboratorio es cuestionable.

[ Z ] ≥3: el resultado del laboratorio no satisfactorio, es decir, insatisfactorio.



Se asignó un puntaje a cada valor zScore obtenido para cada analito y se calculó el promedio obtenido por el laboratorio con el fin de realizar una evaluación global de desempeño.

Valor Z-Score	Puntaje
$Z \leq [1]$	7
$[1] < Z \leq [2]$	5
$[2] < Z < [3]$	3
$Z \geq [3]$	1

Respecto al puntaje promedio la evaluación en cuanto a calificación es la siguiente:

- 7 : Altamente satisfactoria o muy satisfactoria
- 6-5: Satisfactoria
- 4-3: Cuestionable
- 1-2: Insatisfactoria

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al código (confidencial) asignado a su laboratorio, el que fue notificado junto al envío de la muestra de ensayo.

## 8. Resultados informados por los participantes del PEEC

### 8.1. Datos

Los resultados enviados por los participantes se presentan en la siguiente tabla:

Código Laboratorio	Código de Muestra	promedio Resultado	Resultado Final* (Promedio x FD) mg/g	Iniciales analista responsable
0-563		6,15	39,22	
0-569	19	6,03	38,45	JHA
5-518	6	NR		LPV
7-522		NR		CM
18-584	15	6,25	39,85	CHG
18-4346	2	6,05	38,58	PV
19-587		NR		
25-4940	14	6,59	42,09	IM
25-9072	3	29,65	189,09	DSB

NR: No realiza el ensayo debido a situaciones particulares del laboratorio.

\* El resultado final es calculado por el ISP aplicando al valor reportado por el laboratorio, el FD establecido por el ISP en el momento de elaborar el MR.

3 laboratorios de los 9 adscritos no realizaron el análisis, sin embargo sí reportaron al ISP su situación. Por lo cual se obtuvo un 100 % de respuesta.

## 8.2. Métodos

Los métodos informados por los laboratorios son los siguientes:

Código Laboratorio	Método Determinación	Fundamento (Norma/ Referencia)	Observación
0-563	LE-ME-AD (2005)		FM: 40°C, 1.25 mL/min Acetonitrilo/Agua/TCA-242 nm, Columna C18,5µm
0-569	HPLC	INS	Flujo: 1,25 mL/min; T° 40°C, 242 nm, FM: ACN:H2O:TCA
5-518			no se analiza muestra por desperfectos en equipo HPLC.
7-522			no se analiza muestra por desperfectos en equipo HPLC.
18-584	Quilliam et al 1995		
18-4346	Quilliam et al 1995		
19-587			No realizó análisis por problemas con equipo HPLC
25-4940	Quilliam et al 1995		
25-9072	Quilliam et al 1994		

## 9. Análisis estadístico de los resultados informados

En relación a la determinación de valores anómalos informados, se encontró un resultado reportado por el laboratorio código 25-9072.

Respecto a los datos obtenidos del análisis estadístico, en la siguiente tabla se señalan, los antecedentes trabajados:

	Toxina µg/ g
n	6
Valor de referencia	40,63
s h	3,75
Nº valores anómalos	1

En relación a los cálculos de valores Z Score, los resultados obtenidos se observan en la siguiente tabla:

Nº Lab	Datos	Z-score
0-569	38,457	-0,6
18- 4346	38,58	-0,5
0-563	39,22	-0,4
18-584	39,86	-0,2
25- 4940	42,03	0,4
25- 9072	189,09	40,0

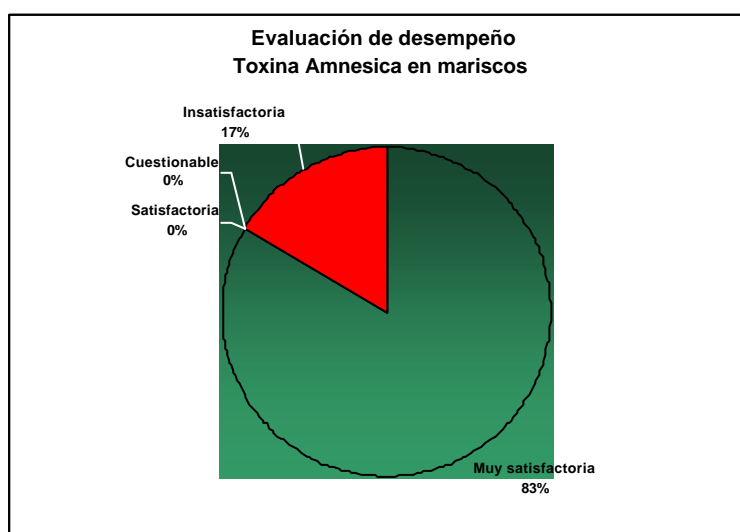
Se realizaron los gráficos de dispersión lineal, sobre los resultados Z-Score obtenidos por los laboratorios para el analito. Indicándose los límites de satisfactorio y cuestionable.

### 10. Evaluación de desempeño

La calificación obtenida respecto a la evaluación de desempeño es la siguiente:

Nº Código Laboratorio	Z-Score	Puntaje	Evaluación
0-569	-0,6	7,0	Muy Satisfactoria
18- 4346	-0,5	7,0	Muy Satisfactoria
0-563	-0,4	7,0	Muy Satisfactoria
18-584	-0,2	7,0	Muy Satisfactoria
25- 4940	0,4	7,0	Muy Satisfactoria
25- 9072	40,0	1,0	Insatisfactoria

En relación a la distribución de la calificación de los laboratorios en valores de porcentaje los resultados obtenidos son:



## 11. Comentarios

- a) En general, el 83% de los laboratorios obtuvo una evaluación muy satisfactoria.
- b) El laboratorio código 25-9072 presenta un valor Z-Score muy superior a 3, es decir insatisfactorio, por lo cual sugerimos evaluar las posibles causas de desviación o error.

## 12. Glosario

**Ensayo de Aptitud** : Es una evaluación independiente y no sesgada del rendimiento de todos los aspectos del laboratorio, tanto humanos como materiales., a través de la cual se puede determinar el desempeño de un laboratorio.

**Ensayo Interlaboratorio:** Tipo de ensayo de aptitud que realiza con una distribución simultánea de laboratorios participantes, se selecciona un material con un valor asignado o certificado contra el cual es comparado el resultado obtenido por el o los participantes. Sirve para indicar el desempeño individual o grupal de los laboratorios.

**Material de referencia (MR):** material o sustancia en la cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y están bien definidos para permitir utilizarlos para la calibración de un instrumento, la evaluación de un método de medición, evaluación de desempeño, o la asignación de valores a los materiales

## 13. Referencias

- 1) ISO Guide 43-1. 1997. Development and operation of laboratory Proficiency testing.
- 2) NCh 2445/1 y2 (1999). Ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorio. INN
- 3) "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A
- 4) ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- 5) The International Harmonized Protocol for Proficiency testing of analytical chemistry laboratories (2006). Pure Appl. Chem. Vol78, pp 145-196.
- 6) AMC technical brief (2006). Representing data distribution with kernel density estimates.

14. Anexo: Gráfico Z-Score

**Toxina Amnésica en Mariscos, Ronda Chile, SP13, 2008.**

**Distribucion de Z-score.**

**Valor de Referencia: 40,53  $\mu$ g/L.**

